Searching PAJ Page 1 of 2

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

62-275182

(43) Date of publication of application: 30.11.1987

(51)Int.Cl.

CO9K 3/00 CO1G 9/00 CO1G 23/00 CO1G 25/00

CO1G 37/00 CO1G 49/00

(21)Application number : 61-150008

(71)Applicant: SUMITOMO CHEM CO LTD

(22) Date of filing:

26.06.1986

(72)Inventor: SAIDA KENJI

FUJII HIDEYO

(30)Priority

Priority number: 61 12866

Priority date : 23.01.1986

Priority country: JP

(54) ULTRAVIOLET SCREENING AGENT

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an ultraviolet screening agent comprising a composite oxide of specific metals and Zn, excellent in ultraviolet screening characteristics and visible light and near-ultraviolet light transmission, without having any catalytic activity and deteriorating coexisting organic materials.

CONSTITUTION: A Zn salt [e.g., Zn(NO3)2] and at least one salt selected from among salts of Al, Fe, Cr, Ce, Zr and Ti (e.g., aluminum polychloride) as dissolved in an aqueous alcohol solution of a concentration of at least 5vol% so that the atomic ratios of each metal to 1 part of Zn in the solution are Al: 0.001W0.5, Fe: 0.0001W0.5, Cr: 0.005W0.3, Ce: 0.00005W2, Zr: 0.0005W0.5 and Ti: 0.01W0.5. Said solution is hydrolyzed in the presence of a hydrolysis precipitating medium comprising urea and/or hexamethylenetetramine at a room temperature W 100°C for 3W6hr to obtain a product. After said product is dried at a room temperature W 200°C, calcined at 350W1,100°C for 1W3hr to obtain an ultraviolet screening agent comprising a composite oxide of Zn and the above-mentioned metals having an average particle diameter of 0.001W0.5µm.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

19 日本国特許庁(JP)

① 特許出願公開

⑩ 公 開 特 許 公 報 (A) 昭62-275182

<pre>⑤Int Cl.⁴</pre>	識別記号	庁内整理番号		43公開	昭和62年(198	87)11月30日
C 09 K 3/00 C 01 G 9/00 23/00 25/00 37/00 49/00	104	6683-4H 7202-4G C-7202-4G 7202-4G 7202-4G A-7202-4G	審査請求	未請求	発明の数 1	(全15頁)

公発明の名称 紫外線遮蔽剤

②特 願 昭61-150008

②出 願 昭61(1986)6月26日

⑫発 明 者 才 田 健 二 高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株式会社内

砂発 明 者 藤 井 秀 世 新居浜市惣開町5番1号 住友化学工業株式会社内

①出 願 人 住友化学工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地

邳代 理 人 弁理士 諸石 光凞 外1名

明細型

1. 発明の名称

紫外級遮蔽剂

- 2. 特許請求の範囲
- (1) 平均粒子径が 0.001 μm ~ 0.5 μm である、アルミニウム、鉄、クロム、セリウム、ジルコニウム、及びチタンから選ばれた 1 種以上の金属と亜鉛との複合酸化物から成る紫外線。底蔽剤。
- 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は彼長260nm~400nmの紫外線を遮蔽し、可視光線及び近赤外線透過能を有する特定の金属の複合酸化物粉末から成る紫外線遮蔽剤に関する。

(従来の技術)

紫外級遮蔽剤は、紫外線を散乱収いは吸収して紫外線を遮蔽するもので、サリチル酸、パラアミノ安息香酸、けい皮酸及びこれらのエステル類、或いはベンゾフェノン類などの有機物、

酸化チタン、酸化亜鉛、酸化鉄などの金属酸化物粉末などが用いられており、金属酸化物粉末による光線の遮蔽能は、粉末の粒径/光線波長の比が1/2の所が最大であることが知られている。

金属酸化物粉末は、酸化反応用触媒としても用いられ、その製造方法として、金属の塩化物や硫酸塩にアンモニア水酸いは尿素を加えて加水分解し、得られる水酸化物と焼成する方法、チタンのiープロポキシド、硝酸亜鉛をそれぞれ加水分解して得られたTiO。・nH:Oとてn(OH)。を混雑し焼成する方法等(以上「触媒」Vol.19.No,5,1977.350~352頁、触媒学会誌)が知られている。

また、ケイ素とチタンのアルコキシドの混合物を加水分解し、その加水分解生成物を焼成する方法及びその生成物を紫外線遮蔽能を有する化粧品用添加剤とすること(特開昭59-227813 号)も知られている。 この他、敬細な粒子のものを得る方法として、 チタンの塩化物を昇離させ、酸素または水源気 で酸化分解、加水分解を行なわす方法があり、 これによると粒径約0.002 μm~0.05 μmのものが得られる。

酸化亜鉛では、金属亜鉛の蒸気を気相酸化させる方法があり、これによると粒径約0.5 μm~1 μmのものが得られる。

(発明が解決しようとする問題点)

このような方法で得られた酸化亜鉛、酸化チクン、酸化鉄の粉末は、その粒径を適度に選択すれば良好な紫外線遮蔽能を発揮するが可視光線及び近赤外線の透過性に劣り、他方、可視光線及び近赤外線の透過性の大きい粒径のものは紫外線遮蔽能が充分でない。

また、これらの金属酸化物粉末は、酸化触媒能を有し、用途によっては、共存する有機物を変質させる問題点がある。

複数の金属塩を水溶液中でアンモニア水等で 加水分解し、複合酸化物を得る方法では、複合 酸化物が不均一で粒径も大きくなり、紫外線遮 磁能の充分でかつ可視光線及び近赤外線の透過 性の良好なものが得られない。

(問題点を解決するための手段)

かかる事情下に指み、本発明者らは紫外級遮 蔽能に優れ、可視光線及び近赤外線の透過性が 大きく、また共存する有機物変質等の問題のな い紫外級遮蔽剤を見出すべく鋭意検討した結果、 遂に本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は平均粒子径が約0.001μm~約0.5μmである、アルミニウム、鉄、クロム、セリウム、ジルコニウム及びチタンから選ばれた1種以上の金属と亜鉛との複合酸化物から成る紫外線遮蔽剤を提供するものである。

以下、本発明を更に詳細に説明する。

本発明に於ける紫外線遮蔽剤とは、アルミニウム、鉄、クロム、セリウム、ジルコニウム及びチタン(以下、A&、Fe、Cr、Ce、Zr、Tiと表現する場合もある。)よりなる群から選ばれる少くとも1種以上の金属と亜鉛(

以下、てnと表現する場合もある。)の複合酸 化物であり、より具体的にはZn-Aℓ、Zn -Fe、Zn-Cr、Zn-Ce、Zn-Zr、 Zn-Tiよりなる二成分系複合酸化物、Zn -Al-Fe, Zn-Al-Cr, Zn-Al - Ce, Zn - Al - Zr, Zn - Al - Ti, Z n - F e - C r 、 Z n - F e - C e 、 Z n -Fe-Zr, Zn-Fe-Ti, Zn-Cr-Ce. Zn-Cr-Zr. Zn-Cr-Ti. Zn-Ce-Zr, Zn-Ce-Ti, Zn-ZrーTiよりなる三成分系複合酸化物、Zn -Al-Fe-Cr, Zn-Al-Fe-Ce, Zn-Al-Fe-Zr, Zn-Al-Fe-Ti, Zn-Al-Cr-Ce, Zn-Al-Cr-Zr, Zn-Al-Cr-Ti, Zn-A & - C e - Z r 、 Z n - A & - C e - T i 、 Zn-Al-Zr-Ti, Zn-Fe-Cr-C e 、 Z n - F e - C e - Z r 、 Z n - F e -Z r - T i 、 Z n - F e - C r - Z r 、 Z n -

Fe-Cr-Ti, Zn-Fe-Ce-Ti,

Z n - C r - C e - Z r 、 Z n - C r - Z r - . Ti, Zn-Ce-Zr-Ti, Zn-Cr-Ce-T1、よりなる四成分系複合酸化物、Z n - A & - F e - C r - C e 、 Z n - A & - F e - C r - Z r 、 Z n - A l - F e - C r - T i 、 Z n - F e - C r - C e - Z r 、 Z n - F e-Cr-Ce-Ti, Zn-Cr-Ce-Z r-Ti、Zn-Al-Ce-Zr-Ti、Z n-Al-Fe-Ce-Zr, Zn-Al-F e-Ce-Ti, Zn-A&-Fe-Zr-T i, Zn-Al-Cr-Ce-Zr, Zn-A &-Cr-Ce-Ti, Zn-A&-Cr-Z r-Ti, Zn-Fe-Ce-Zr-Ti, Z n-Fe-Cr-Zr-Tiよりなる五成分系 複合酸化物、Zn-Al-Fe-Cr-Ce-Zr, Zn-Al-Fe-Cr-Ce-Ti. Zn-Al-Fe-Cr-Zr-Ti, Zn-Al-Fe-Ce-Zr-Ti, Zn-Al-Cr-Ce-Zr-Ti, Zn-Fe-Cr-Ce-Zr-Tiよりなる六成分系複合酸化物、

及び Z n - A Z - F e - C r - C e - Z r - T i よりなる七成分系複合酸化物等が挙げられる。これら複合酸化物は単独で使用しても良く、勿論 2 種以上を混合して使用しても良い。

本発明の実施に際し、複合酸化物を構成する 亜鉛とTi、Al、Fe、Cr、Ce、Zr の群より選ばれる他の金属の構成割合は金属に より異なり、例えば亜鉛とチタンの組合せでは それらの原子比は亜鉛1に対しチタンが0.0 1~0.25、好ましくは0.05~0.1、 亜鉛とアルミニカムは亜鉛!に対しアルミニカ ムが0.001~0.5、好ましくは0.01 ~ 0. 4、亜鉛と鉄は亜鉛1に対し鉄が0.0 001~0.5、好ましくは0.0001~0. 2、亜鉛とクロムは亜鉛1に対しクロムが0. 0005~0.5、好ましくは0.0005~ 0.3、亜鉛とセリウムは亜鉛1に対しセリウ ムがり、00005~2、好ましくは0.00 005~0.5、亜鉛とジルコニウムは亜鉛1 に対し0.0005~0.5、好ましくは0.

本発明の紫外線遮蔽剤用複合酸化物は酸紫原 子を介して金属が結合している構造を持ってい る。

Zn原子がAR-O-Zn-O-RA、-Z n-O-RA(RはAL、Fe、Zr、Ti、 Ce、Crより選ばれた金属原子、Aは結合手 であり、Rの価数-1を示す。)等の結合を含 まないものは単に酸化亜鉛と上記金属の酸化物 粉末の混合であり、本発明の目的とする紫外線 0005~0.3である。

亜鉛 1 原子比に対する金属の構成割合が、上記範囲外では紫外級遮蔽能が劣り、鉄に於いては亜鉛 1 原子比に対し 0 . 5 を越える場合には可視光線及び近赤外線の透過性が低下するので好ましくない。

また、亜鉛と複数の金属よりなる複合酸化物に於ける金属の添加量は二成分系に於ける亜鉛と他金属の各々の添加量範囲が適用され、好ましくは亜鉛と他金属の二成成系に於ける各々の金属の好ましい範囲が適用される。

本発明に於いて複合酸化物とは出発原料として用いた亜鉛とA&、Fe、Cr、Ce、Zr、Tiから選ばれた1種以上の金属すべてが反応し複合酸化物を形成している必要はなく、反応生成物が少なくとも複合酸化物を構成し、かつその生成物が90%以上の紫外線遮蔽能、60%以上の可視光線及び近赤外線透過性能を有するものであれば、金属酸化物等を一部含有する複合酸化物であってもよい。

遮蔽能に優れ、かつ可視光線、及び近赤外線透 過能に優れた粉末は得られない。

本発明の紫外線遮蔽剤の大きさは平均粒径約 0.5μm以下、好ましくは0.2μm以下である。

粒径の大きいものは紫外線遮蔽能が若干低く、加えて化粧品とした場合の肌ざわりが悪くまた 農業用マルチフィルム、食品包装用フィルムへ の適用では分散性が尖るので好ましくない。

他方粒径の微細なものは、繋外線遮蔽能は充分であるものの取扱い難くなること及び酸化触媒能が発現してくることなどから平均粒径約0.001μm以上、より好ましくは0.005μm以上である。

このような複合酸化物の製造方法としては、 亜鉛塩と、アルミニウム塩、鉄塩、クロム塩、 セリウム塩、ジルコニウム塩、及びチタン塩の 中から選ばれる一種或いは二種以上の金属塩と を、アルコール水溶液中で尿素及びヘキサメチ レンテトラミンから選ばれる、少なくとも一種 の加水分解沈澱剤の存在下、加水分解し、次い で加水分解生成物を焼成する方法が挙げられる。

ここで原料の亜鉛塩、アルミニウム塩、鉄塩、 クロム塩、セリウム塩、ジルコニウム塩及びチ タン塩は水に可溶な性質の無機酸塩、有機酸塩、 例えば、塩化物、硫酸塩、硝酸塩、酢酸塩等で ***

アルミニウム塩については、ポリ塩化アルミニウムなども使用可能である。

また、チタン塩に代えて、チタンアルコキシ ドも好適に用いることができる。

次にアルコール水溶液は、アルコール濃度で 約5容量%以上、好ましくは10容量%以上の ものが用いられる。

アルコール濃度が、約5容量%未満では生成 する複合酸化物の平均粒径を0.5μm以下に することが困難となることと、粒径分布が広が り大粒径のものが混在して出来るので好ましく ない。

他方、アルコールが過剰でも可能であるが多

ョンなどの慣用の固一液分離操作で取り出し、 水洗を行った後室温ないし200 で程度で充分 乾燥し、350で~1100で程度の温度で約 1~3時間焼成を行う。

焼成の前後で、二次凝集粒子を粉砕(解砕) するのが望ましく、抜粉砕は、ハンマーミル、 潜潰機、ボールミル、振動ミルなど慣用手段で 行えばよい。

本発明の紫外線遮蔽剤の具体的用途としては、 化粧品、燃料、農業用フィルム、食品包装用フィルムや食品容器被覆用フィルム等への添加剤 が挙げられる。勿論、本発明の紫外線遮蔽剤は その効果を失わない範囲で、例えば酸化チタン、 酸化亜鉛、酸化鉄等の既に公知の紫外線遮蔽剤 と併用して用いる事も可能である。

(発明の効果)

以上、詳述した本発明の平均粒子径0.00 1μm~0.5μmの複合酸化物より成る紫外 線遮蔽剤は波長400nm以下の紫外線遮蔽能 が90%以上と優れ、しかも可視光線及び近赤 くしてもそれだけの効果は出ない。

アルコールの種類としては、水への溶解度が 1 容量が以上であればよく、例えば、メタノー ル、エタノール、イソプロパノール、ノルマル プロパノールなどの1 価のアルコール類、エチ レングリコール、ジエチレングリコール、プロ ピレングリコール、グリセリンなどの多価アル コール類である。

加水分解沈殿剤は、尿素及びヘキサメチレン テトラミンの何れか、或いは両者の混合物を水 溶液として用いるのが望ましい。

加水分解沈澱剤の量は、金属塩が加水分解して生成する酸を中和するに必要な理論量の2倍以上、好ましくは3倍量~5倍量を用いる。

加水分解反応は、撹拌下で、温度を常温から 100℃、より好ましくは70℃以上の温度で 3時間~6時間程度行う。反応終了は、反応液 のpHが上昇し、7附近になったことで確認す ればよい。

加水分解生成物は次いで沪過、デカンテーシ

外線の透過性(波長400mm~3000mm)が60%以上で、かつ触媒活性が殆んど無く、 共存する有機物を変質しないため紫外線遮蔽を 目的としたあらゆる分野に於いて使用し得るも のでその工業的価値は頗る大なるものである。

(実施例)

以下、本発明の紫外線遮蔽剤を実施例及び比較例に基づき詳述するが、実施例は本発明の一 実施機様を示すものであり、何ら本発明範囲を 制限するものではない。

尚、本発明の実施例、比較例で用いた各測定 方法は以下の如くである。

金属原子比 : 原子吸光分析法 酸化物の粒径 : 走査電子顕微鏡写真法 複合酸化物の原子結合状態 :

複合酸化物粉末 0.03gを低密度ポリエチレン粉末 0.47gと混合し、2本ロール (温度 100 で~ 160 で) で混練溶 融し厚み約50μmのフィルムを製作する。

対照フィルムとして複合酸化物を含まない低密度ポリエチレンの厚み約50μmのフィルムを製作する。

両フィルムについてJISKO117に 従って赤外スペクトルを測定し、特性吸収 から分析した。

分光透過率 :

上記複合酸化物の結合状態を調べるのに 用いたと同じフィルムをJISKO115 に従い分光々度計にて測定した。

実施例1

工業用 9 7 % 硝酸アルミニウム 9 水塩 0 . 4 5 g 及び工業用 9 5 % 硝酸亜鉛 6 水塩 3 6 2 g をエタノール 1 2 0 0 m & 中に入れ、これを 3 0 分間機 搾混合して溶解した。

続いて 9 9 % のヘキサメチレンテトラミン 2 8 3 g を 水 1 6 0 0 m & に溶かした水溶液を加 えて、更に撹拌した。

これを加熱し、温度約80℃にて撹拌下5時間続いて温度約100℃で1時間、加水分解反

度150℃で乾燥後、振動ミルで粉砕した。

次いで温度約700℃にて1時間焼成した。 平均粒径約0,01μmの微粉末97,1gを 得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 2 n / A I 原子比は 1 0 0 / 1 0 であった。

生成粉末の原子結合状態を測定したところ、 - Zn - O - A I < 結合 (特性吸収 6 5 0 c m - 1) が認められた。

上記フィルムについて、分光透過率を測定し た結果を第1関に示す。

実施例3

97% 研酸アルミニウム 9水塩 193 g 及び 99% 硝酸亜鉛 2 水塩 2 2 2 g を、 is o ープ ロパノール 1 2 0 0 m & に入れ、これを 3 0 分 間複件混合し、 99% ヘキサメチレンテトラミ ン367 g と水 1600 m & 水溶液を添加して 撹拌し、これを温度約 80 でにて 5 時間、続い て温度約 100でで 1 時間加水分解反応を行い、 加水分解生成物を得た。 応を行い加水分解反応生成物を得た。

これを沪過し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、振動ミルで粉砕した。

次いで温度約700℃にて1時間焼成して平 均粒径0.01μmの微粉末91.88を得た。

この製品粉末の組成は分析の結果でn/A &原子比が100/0.1であった。

分光透過率の測定結果を第1図に示す。

実施例 2

工業用 9 7 % 硝酸アルミニウム 9 水塩 4 4 . 7 g及び工業用 9 5 % 硝酸亜鉛 6 水塩 3 6 2 gをエタノール 1 2 0 0 m & 中に入れ、これを 3 0 分間 散搾混合して溶解した。

続いて 9 9 %の ヘキサメチレンテトラミン 2 8 3 gを水 1 6 0 0 m & に溶かした水溶液を加 えて、さらに位 早した。

これを加熱し、温度約80℃にて撹拌下5時間、続いて温度約100℃で1時間加水分解を 行い加水分解生成物を得た。

これを沪遇し、水1000mℓで洗浄し、温

これを沪過し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、振動ミルで粉砕した。

次いで温度約700℃、1時間焼成して約1 μmより大なる粒子を全く含まない、平均粒径 約0.05μmの微粉末103gを得た。

この粉末の組成は分析の結果 Z n / A l 原子 比が 1 0 0 / 5 0 であった。

生成初末の結合状態を測定したところ-2n-O-A! < 結合 (特性吸収 6 5 0 cm ') を確認した。

分光透過率を測定した結果を第1図に示す。 実施例4

四塩化チタン2. 19g及び.95%硝酸亜鉛6水塩362gをn-プロパノール1200m &に加え、これを30分間撹拌混合して溶解した。

次に工獎用尿素 2 5 0 g と水 1 6 0 0 m & との水溶液を添加して混合した。

これを温度約90℃にて4時間、続いて温度 約100℃で1時間加水分解反応を行い、加水 分解生成物を得た。

これを沪滔し、水1000mgで洗浄し、温 度150℃で乾燥後、振動ミルで初砕した。

次いで温度約850 C、1時間焼成して、約 1 μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径 約0.08 μmの微粉末92.7 gを得た。

この粉末の組成は分析の結果 2 n / T i 原子 比が i 0 0 / l であった。

分光透過率の測定結果を第1図に示す。 実施例5

四塩化チタン 2 1. 9 及び 9 5 % 硝酸亜鉛 6 水塩 3 6 2 gを n - プロパノール 1 2 0 0 m l に加え、これを 3 0 分間撹拌混合して溶解した。次に尿素 2 5 0 gを水 1 6 0 0 m l に溶した

これを温度約90℃で撹拌下4時間、続いて 温度約100℃で1時間加水分解反応を行い、 加水分解生成物を得た。

水溶液を添加して、混合した。

これを沪過し、水1000mℓで洗浄し、温度150℃で乾燥後、振動ミルで粉砕した。

次いで温度約850℃、1時間焼成して約0 ,5μmより大なる粒子を全く含まない、平均 粒径約0,1μmの微粉末101gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / T l 原子比が 1 0 0 / 1 0 であった。

この粉末の原子結合状態は、- Zn - O - Ti fであることを確認した。

分光透過率を測定した結果を第1図に示す。 実施例7

日本曹達製チタンイソプロポキシド65.8 g、95%硝酸亜鉛6水塩362gとisoープロパノール1200mlに溶解し、これを30分間撹拌混合して溶解した。

これに工業用尿素 2 7 8 g と水 1 6 0 0 m & との水溶液を添加して混合した。

これを温度約80℃で撹拌下5時間、続いて温度約100℃で1時間加水分解反応を行い、加水分解生成物を得た。

これを沪過し、水1000m L で洗浄し、温度150℃乾燥後、提動ミルで粉砕した。

次いで温度約850で、1時間焼成して、約 1μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径 約0.2μmの微粉末101gを得た。

この粉末の組成は分析の結果、 2 n / T i 原子比が100/10であった。

この粉末の原子結合状態は、-2n-0-T
i ← (特性吸収 7 4 0 c m⁻) であることを確 切した。

分光透過率を測定した結果を第1図に示す。 実施例6

日本曹達製チタンイソプロポキシド32,9 8、95%硝酸亜鉛6水塩362gをn-プロパノール1200mlに溶解し、これを30分間撹拌混合して溶解した。

これに尿素278gを水1600m &に溶解した水溶液を添加して混合した。

これを温度約90℃で撹拌下5時間加水分解を行い、加水分解生成物を得た。

これを沪週し、水1000m & で洗浄し、温度150℃乾燥後、振動ミルで粉砕した。

次いで温度約850℃、1時間焼成して約0 .5μmより大なる粒子を全く含まない、平均 粒径0.1μmの微粉末110gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / T i 原子比が 1 0 0 / 2 0 であった。

この粉末の原子結合状態は、 - 2 n - 0 - T i ←結合 (特性吸収 7 4 0 c m⁻¹) であること を確認した。

分光透過率を測定した結果を第1図に示す。 実施例8

工業用 9 9 % 硝酸類 2 鉄 9 水塩 0 . 0 5 2 g 及び工業用 9 5 % 硝酸亜鉛 6 水塩 3 9 2 g をノルマルプロパノール 1 2 0 0 m & に入れ、これを 3 0 分間撹拌混合し、工業用尿素 2 6 2 g と水 1 6 0 0 m & との水溶液を添加して撹拌し、これを温度約 9 0 でにて 4 時間、続いて温度約 1 0 0 でで 1 時間加水分解反応を行い、加水分解生成物を得た。

これを沪過し、水1000mℓで洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び場動ミ

ルで粉砕した。

次いで温度600℃、1時間焼成して約1μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径約0.06μmの微粉末97.48を得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Zn /Fe 原子比が 100/0.01であった。

分光透過率の測定結果を第1図に示す。 実施例9

実施例 8 において、原料鉄塩量を 5 1 g に、 尿素量を 3 0 2 g に代えた他は同一処理することで、約 1 μm より大なる粒子を全く含まない 平均粒径約 0.08 μm の微粉末 1 1 0 g を得た。

この製品初末の組成は分析の結果 Z n / F e 原子比が 100/10であった。

生成粉末の結合状態を測定したところ - 2 n - O - P e < 結合 (特性吸収 5 3 0 c m · ') を確認した。

分光透過率の測定結果を第2図に示す。 ・ 実施例10

ノール1200m &に入れ、これを30分間摂 搾混合し、工業用尿素262gと水1600m &との水溶液を添加して撹拌し、これを温度約 90でにて約4時間、続いて温度約100でで 1時間加水分解反応を行い、加水分解生成物を 得た。

これを沪過し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度600℃、1時間焼成して約1μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径約0.01μmの微粉末97.5gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / C e 原子比が 1 0 0 / 0 . 0 1 であった。

分光透過率の測定結果を第2図に示す。 実施例12

実施例11において、原料亜鉛塩量を72. 1gに原料セリウム塩量を200gに代えた他は同一処理することで、約1μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径約0.03μmの微 工業用 9 5 % 硝酸亜鉛 6 水塩 3 9 2 8 及び硝酸 第 1 セリウム 6 水塩 0 . 0 2 7 8 をイソブタノール 1 2 0 0 m & に入れ、これを 3 0 分間 復 搾混合し、工業用尿素 2 6 2 8 と水 1 6 0 0 m & との水溶液を添加して撹拌し、これを温度約 9 0 でにて約 4 時間、続いて温度約 1 0 0 でで 1 時間加水分解反応を行い、加水分解生成物を得た。

これを沪過し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度600℃、1時間焼成して約1μ mより大なる粒子を全く含まない平均粒径約0. 01μmの微粉末97.5gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / C e 原子比が 1 0 0 / 0 . 0 0 5 であった。

分光透過率の測定結果を第2図に示す。

実施例11

工業用 9 5 %硝酸亜鉛 6 水塩 3 9 2 g 及び硝酸氧 1 セリウム 6 水塩 0 . 0 5 5 g をイソブク

粉末97.1gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / C e 原子比が 1 0 0 / 2 0 0 であった。

生成粉末の結合状態を測定したところ-2n-O-Ce + 結合 (特性吸収 4 1 0 cm⁻¹) を確認した。

分光透過率の測定結果を第2図に示す。 実施例13

工業用 9 5 % 硝酸第 2 クロム 9 水塩 0 . 2 6 4 g及び工業用 9 5 % 硝酸亚鉛 6 水塩 3 9 2 gをノルマルブタノール 1 2 0 0 m e に入れ、これを 3 0 分間撹拌混合し、工業用 9 9 % ヘキサメチレンテトラミン 2 6 6 g と水 1 6 0 0 m e との水溶液を添加して攪拌し、これを温度約 9 0 でにて 5 時間加水分解反応を行い、加水分解生成物を得た。

これを沪迢し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び候動ミルで粉砕した。

次いで温度600℃、1時間焼成して約0.

特開昭62-275182(8)

5 μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径 約0.01μmの微粉末97.6gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果でn/Cr 原子比が100/0.05であった。

分光透過率の測定結果を第2図に示す。 実施例14

工業用95%硝酸第2クロム9水塩0.5278及び工業用95%硝酸亜鉛6水塩3928をノルマルブタノール1200m&に入れ、これを30分間慣拌混合し、工業用99%ヘキサメチレンテトラミン266gと水1600m&との水溶液を添加して関拌し、これを温度約90℃にて5時間加水分解反応を行い、加水分解生成物を得た。

これを沪過し、水1000m & で洗浄し、温 度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度 6 0 0 ℃、1 時間焼成して約 0 . 5 μm より大なる粒子を全く含まない平均粒径 約 0 . 0 1 μm の微粉末 9 7 . 6 g を研た。

神混合し、工業用尿素 2 2 5 g と水 2 3 0 0 m & との水溶液を添加して攪拌し、これを温度約 8 0 でにて 5 時間、続いて温度約 1 0 0 でで 1 時間加水分解反応を行い、加水分解生成物を得た。

これを沪過し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度 6 5 0 ℃、 1 時間焼成して約 0 . 5 μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径 約 0 . 0 1 μmの微粉末 9 8 . 1 gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / Z r 原子比が 1 0 0 / 0 . 0 5 であった。

分光透過率の測定結果を第3図に示す。 実施例17

実施例 1 6 において、原料ジルコニウム塩量を4.03gに、加水分解沈設剤として尿素をヘキサメチレンテトラミン310gに代えて使用する他は同一処理することにより約0.5μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径約0

この製品粉末の組成は分析の結果でn/Cr.原子比が100/0.1であった。

分光透過率の測定結果を第2図に示す。

実施例15

実施例14において、原料亜鉛塩量を313 8に原料クロム塩量を2118に、ヘキサメチレンテトラミン量を372gに代えた他は同一処理することで、約1μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径約0.04μmの微粉末126gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / C r 原子比が 100/50であった。

生成粉末の結合状態を測定したところ-Zn-O-Cr <結合(特性吸収 6 l 0 cm·)を確認した。

分光透過率の測定結果を第2図に示す。 実施例16

オキシ塩化ジルコニウム 8 水塩 0 . 2 0 1 g 及び工業用 9 5 % 硝酸亜鉛 6 水塩 3 9 2 g をエ タノール 5 0 0 m & に入れ、これを 3 0 分間関

. 0 1 μ m の 微粉末 1 0 1 g を得た。この製品 粉末の組成は分析の結果、 2 n / 2 r 原子比が 1 0 0 / 1であった。

分光透過率の測定結果を第 図に示す。 実施例18

実施例16において、原料亜鉛塩量を313gに、原料ジルコニウム塩量を129gに、尿素量を270gに代えた他は同一処理することで、約0.5μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径約0.02μmの微粉末127gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / Z r 原子比が 1 0 0 / 4 0 であった。

生成粉末の結合状態を測定してところ-2n -O-2r ←結合 (特性吸収 6 4 0 cm⁻¹) を確認した。

分光透過率の測定結果を第3図に示す。 実施例19

四塩チタン1 8. 7 gを9 7 %硝酸アルミニウム9 水塩152 g及び95 %硝酸亜鉛6 水塩

特開昭62-275182(9)

308gをエチレングリコール200mlに溶解した。

これに尿素319gを水2600m & に溶解した水溶液を添加し、混合した。

これを温度約100℃にて、攪拌下3時間加水分解を行い、加水分解生成物を得た。

これを沪過し、水1000m l で洗浄、温度 150℃で乾燥後、振動ミルで粉砕した。

次いで温度 8 5 0 ℃、1時間焼成して約 1 μ mより大なる粒子を全く含まない、平均粒径約 0.2 μ m の微粉末 1 0 8 g を得た。

この粉末の組成は、分析の結果で n/A &/
Ti原子比が100/40/10であった。

この粉末の原子結合状態を測定したところ → T I - O - Z n - O - A & < 結合 (特性吸収 6 5 0 c m⁻¹、7 4 0 c m⁻¹) を確認した。

分光透過率を測定した結果を第3図に示す。 実施例20

工業用四塩化チタン 2 1. 9 g、硫酸第 1 セ リウム 8 水塩 2. 0 6 g 及び工業用 9 5 % 硝酸

7g、工業用95%硝酸亚鉛6水塩362g及び硝酸第2族9水塩4.72gをエタノール1200mに入れ、これを30分間攪拌混合して溶解した。続いて工業用99%ヘキサメチレンテトラミン286gを水1600mはに溶かした水溶液を加えて、更に攪拌した。

これを復律下に加熱し、温度約80℃にて5時間、続いて温度約100℃で1時間加水分解 反応を行い、加水分解生成物を得た。これを濾 過し、水1000㎡で洗浄し、温度150℃で 乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度約700℃1時間後、焼成して、。 約1μmより大なる粒子を全く含まない平均粒 径約0.01μmの肌ざわりの良好な微粉末で ある淡黄色の製品98.5gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結束で n / A & / F e 原子比が 1 0 0 / 1 0 / 1 であった。 生成粉末の原子結合状態を測定したところ、 - で n - O - A & < 結合 (特性吸収 6 5 0 c m '') が認められた。 亜鉛 6 水塩 3 6 2 g をジエチレングリコール 1 2 0 0 m & に入れ 3 0 分間撹拌混合した。

次に工業用尿素 2 5 2 g と水 1 6 0 0 m & との水溶液を添加して混合した。

これを攪拌下に温度約100℃、3時間加水分解反応を行い、加水分解生成物を得た。

これを沪過し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度約850℃、1時間焼成して約0 .5μmより大なる粒子を全く含まない平均粒 径約0.02μmの微初末104gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / C e / T i 原子比が 1 0 0 / 0 . 5 / 1 0 であった。 この粉末の原子結合状態は - Z n - O - T i ← 結合 (特性吸収 6 0 0 c m ' 、7 4 0 c m ') であることを認めた。

分光透過率の測定結果を第1図に示す。 事施例21

工業用97%硝酸アルミニウム9水塩44.

分光透過率の測定結果を第3図に示す。 実施例22

工業用97%硝酸アルミニウム9水塩44. 7g、工業用95%硝酸亜鉛6水塩362g及び硝酸第1セリウム6水塩5.02gをエチレングリコール1200mlに入れ、30分間攪拌 混合した。

次いで、工業用99% ヘキサメチレンテトラミン286gと水1600 mtとの水溶液を天下混合した。

これを関押下に、温度約100℃、3時間加水分解反応を行い加水分解生成物を得た。これを濾過し、水1000元で洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで、温度約700℃、1時間焼成して約0.5μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径0.02μmの微粉末98.7gを得た。

生成粉末の原子結合状態を測定したところ、 - Zn - O - A & < 結合 (特性吸収 6 5 0 c m⁻') が認められた。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / A & / C e 原子比が 1 0 0 / 1 0 / 1 であった。

分光透過率の測定結果を第3図に示す。

実施例23

工業用四塩化チタン21.98、工業用99%硝酸第2跌9水塩4.728及び工業用95%硝酸亜鉛6水塩3628を、ノルマルプロパノール1200㎡に入れ、これを30分間提件混合した。

次に工業用尿素 2 5 3 g と水 1 6 0 0 mt との 水溶液を添加混合した。

これを微律下、温度約90℃5時間加水分解 反応を行い、加水分解生成物を得た。これを濾 過し、水1000㎡で洗浄し、温度150℃乾 爆後、ハンマーミル及び、振動ミルで粉砕した。

次いで温度約850℃1時間焼成して約0. 5μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径 約0.03μmの微粉末104gを得た。

この粉末の組成は分析の結果、Zn/Fe/

5 μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径 約0.01μmの微粉末110gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / A 2 / F e / C e 原子比が 1 0 0 / 1 0 / 1 / 0 . 5 であった

この粉末の原子結合状態は-Zn-O-A & < 結合 (特性吸収 6 5 0 cm⁻¹) であることを認めた。

分光透過率の測定結果を第4図に示す。 実施例25

工業用95%硝酸亜鉛6水塩308g、工衆用97%硝酸アルミニウム9水塩152g、工業用99%硝酸第2鉄9水塩2.01g及び工業用四塩化チタン18.7gをプロピレングリコール400mgに入れ、30分間攪拌混合した。

次に工業用尿業320gと水1600mℓとの水溶液を添加して混合した。

これを攪拌下に、温度約100℃、3時間加水分解反応を行い、加水分解生成物を得た。

Ti原子比が100/1/10であった。

この粉末の原子結合状態は - Z n - O - T i é 結合 (特性吸収 6 0 0 c m ⁻¹、 7 4 0 c m ⁻¹) であることを認めた。

分光透過率の測定結果を第4図に示す。 実施例24

工業用 9 9 % 酢酸亜鉛 2 水塩 2 7 7 g、工業用 9 7 % 硝酸アルミニウム 9 水塩 4 8.3 g 工業用 9 9 % 硝酸第 2 鉄 9 水塩 5.1 g 及び硫酸第 1 セリウム 8 水塩 2.2 4 g をエタノール 3 0 0 m & に入れ、3 0 分間復津混合した。

次に工業用尿素 2 6 4 g と水 2 5 0 0 m & との水溶液を添加して混合した。

これを開神下に温度約80℃、5時間続いて 温度約100℃、1時間加水分解反応を行い、 加水分解生成物を得た。

これを沪過し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度750℃、1時間焼成して約0.

これを沪過し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度約850℃、1時間焼成して約1 μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径約 0.04μmの微粉末108gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 Z n / A & / F e / T i 原子比が 1 0 0 / 4 0 / 0 . 5 / 1 0 であった。

この粉末の原子結合状態は テ T i - O - Z n - O - A l < 結合 (特性吸収 6 5 0 c m - '、 7 4 0 c m - ') であることを認めた。

分光透過率の測定結果を第4図に示す。 実施例26

工業用95%硝酸亜鉛6水塩308g、工業用97%硝酸アルミニウム9水塩152g、硫酸第1セリウム8水塩2.24g及び工業用四塩化チタン18.7gをイソプロパノール1200meに入れ、30分間慢搾混合した。

次に工業用尿素320gと水1600m8と

特開昭62-275182 (11)

の水溶液を添加して混合した。

これを攪拌下に、温度約80℃、4時間、統 いて温度約100℃、1時間加水分解反応を行 い、加水分解生成物を得た。

これを沪過し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度約850で、1時間焼成して約0 .5μmより大なる粒子を全く含まない平均粒 径約0.05μmの微粉末109gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 2 n / A & / C e / T i 原子比が 1 0 0 / 4 0 / 0 . 5 / 1 0 であった。

この粉末の原子結合状態は う T i - O - Z n - O - A & < 結合 (特性吸収 6 5 0 c m ⁻ '、 7 4 0 c m ⁻ ') であることを認めた。

分光透過率の測定結果を第2図に示す。 実施例27

工業用 9 5 % 硝酸亜鉛 6 水塩 3 6 2 g、工業用 9 9 % 硝酸第 2 跌 9 水塩 4 . 7 2 g 、硫酸第

これを攪拌下に、温度約80℃、4時間、統いて温度約100℃、1時間加水分解反応を行い、加水分解生成物を得た。

1セリウム8水塩2、24g及び日本普達製チ

タンイソプロポキシド32.98をイソプロパ

ノール1200mℓに入れ、30分間攪拌混合

次に工業用尿素255gと水1600mℓと

の水溶液を添加して混合した。

Lt.

これを沪通し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度 8 5 0 ℃、 1 時間焼成して約 0 . 5 μ m より大なる粒子を全く含まない平均粒径 約 0 . 0 3 μ m の 微粉末 1 0 5 g を得た。

この製品粉末の組成は分析の結果、2 n/F e/Ce/Ti原子比が100/1/0.5/ 10であった。

この粉末の原子結合状態は-2n-O-Ti ←結合 (特性吸収 6 0 0 c m⁻¹、7 4 0 c m⁻¹)

であることを認めた。

分光透過率の測定結果を第4図に示す。 実施例28

工奨用95%硝酸亜鉛6水塩308g、工業用97%硝酸アルミニウム9水塩152g、工業用99%硝酸第2鉄9水塩2.01g、硝酸第1セリウ6水塩2.14g及び工業用四塩化チタン18.7gをグリセリン400meに入れ、30分間層拌混合した。

次に工築用尿素 3 2 2 g と 水 1 6 0 0 m ℓ との水溶液を添加して混合した。

これを攪拌下に、温度約100℃、3時間加水分解反応を行い、加水分解生成物を得た。

これを沪追し、水1000m & で洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度約850 ℃、1時間焼成して約1 μmより大なる粒子を全く含まない平均粒径約 0.05μmの微粉末109gを得た。

この製品粉末の組成は分析の結果 2 n / A ℓ 加水分解生成物を得た。

F e / C e / T i 原子比が l 0 0 / 4 0 / 0. 5 / 0. 5 / 1 0 であった。

この粉末の原子結合状態は ラ T i - O - Z n - O - A l < 結合 (特性吸収 6 5 0 c m - 1 、 7 4 0 c m - 1) であることを認めた。

分光透過率の測定結果を第4図に示す。

実施例 2 9

工楽用95%硝酸亜鉛6水塩62.6g、工 薬用97%硝酸アルミニウム18水塩34.4 g、工業用99%硝酸第2数9水塩8.15g、 工業用95%硝酸第2クロム9水塩25.3g、 硫酸第1セリウム8水塩143g及び工業用硫 酸チタニル6.4gを水500mæに入れ30 分間優拌混合した。

次いでエタノール 1 2 0 0 m & 並びに工業用 尿素 2 8 0 g と 水 1 1 0 0 m & との水溶液を添 加混合した。

これを攪拌下に、温度約80℃、5時間次い で温度約100℃、1時間加水分解反応を行い 加水分解生成物を得た。

特開昭62-275182 (12)

これを沪追し、水1000mℓで洗浄し、温度150℃で乾燥後、ハンマーミル及び振動ミルで粉砕した。

次いで温度 8 5 0 ℃、1 時間焼成して約 1 μ mより大なる粒子を全く含まない平均粒径約 0 . 0 8 μ m の微粉末 1 0 1 g を得た。

生成粉末の原子結合状態を測定したところ、 - 2 n - O - A 1 < 結合、 - 2 n - O - F e < 結合、 - 2 n - O - C r < 結合、 - 2 n - O - C e < 結合及び - 2 n - O - T i < 結合を確認

この製品粉末の組成は分析の結果、2 n / A 1 / F e / C r / C e / T i 原子比が 1 0 0 / 5 0 / 1 0 / 3 0 / 2 0 0 / 2 0 であった。

分光透過率の測定結果を第4図に示す。

実施例30

実施例29における各原料塩とオキシ塩化ジルコニウム8水塩32.2gを水500mlに入れ30分間撹拌混合した。

次いでエタノール1200ml並びに工業用

尿素 3 1 0 g と 水 1 1 0 0 m ℓ と の 水溶液を添加混合した。

以下、実施例29と同様に、反応、沪過、洗 か、乾燥、粉砕、焼成して約0.5μmより大 なる粒子を全く含まない平均粒径0.01μm の微粉末111gを得た。

生成粉末の原子結合状態を測定したところ、 - Z n - O - A 1 < 結合、 - Z n - O - F e < 結合、 - Z n - O - C r < 結合、 - Z n - O -C e ←結合、 - Z n - O - T i ←結合及び - Z n - O - Z r ←結合を確認した。

この製品粉末の組成は分析の結果、2n/A 1/Fe/Cr/Ce/Ti/2r原子比が1 00/50/10/30/200/20/50 であった。

分光透過率の測定結果を第4図に示す。 比較例1

和光純薬工業製工業用酸化アルミニウム粉末 23.9g及び山田薬品製工業用酸化亜鉛76 .1gをボールミルで6時間粉砕混合した後、

温度約700℃で1時間焼成した。

得られた粉末の 2 n / A ε 原子比は 1 0 0 / 5 0 で平均粒径は約 0 . 2 μ m であった。

この粉末の原子結合状態を測定したところ、 - 2 n - O - A & < 結合は認められず、単なる 酸化亜鉛と酸化アルミニウムの混合粉末である ことが確認された。

分光透過率を測定した結果を第5図に示す。 比較例2

和光純薬工業製工業用酸化チタン粉末9.2 48及び山田薬品製工業用酸化亜鉛粉末94. 18をボールミルで6時間粉砕混合した後、温度約850で1時間焼成した。

得られた粉末の Z n / T i 原子比は 1 0 0 / 1 0 で、平均粒径は約 0 . 2 μ m であった。

この粉末の原子結合状態を測定したところ、 - Zn - O - Ti く結合は認められず、単なる 酸化亜鉛と酸化チタンの混合粉末であることが 確認された。

分光透過率を測定した結果を第5回に示す。

比較例3

和光純東工業製工業用酸化チタン粉末9.2 4 g及び同酸化アルミニウム粉末23.6及び 山田薬品製工業用酸化亜鉛粉末94.1 gをボ ールミルで6時間粉砕混合した後、温度約85 0 C、1時間焼成した。

得られた粉末の2n/A ℓ/T i 原子比は100/40/10で、平均粒径は約0.2μm 以下であった。

分光透過率を測定した結果を第5図に示す。 比較例4

日本べんがら工業製酸化鉄粉末32.9g及 び山田薬品製工業用酸化亜鉛67.1gをボールミルで6時間粉砕混合した後、温度約600 で、1時間焼成した。

得られた粉末のZn/Fe原子比は100/

50で平均粒径は約0.2µmであった。

この粉末の原子結合状態を測定したところ、 - Zn - O - Fe < 結合は認められず、酸化亜鉛と酸化鉄の単なる混合粉末であることが確認された。

分光透過率の測定結果を第5図に示す。 + 約504.5

和光純栗製酸化セリウム 0. 0 2 2 8 及び山田薬品製工業用酸化亜鉛 1 0 2 8 をポールミルで 6 時間粉砕混合した後、温度約 6 0 0 で、 1時間焼成した。

得られた粉末の2n/Ce原子比は100/ 0.01で平均粒径は約0.2μmであった。 分光透過率の測定結果を第5図に示す。 比較例6

日本べんがら工象製敵化鉄粉末1g、和光純 東製酸化アルミニウム6.37g及び山田薬品 製工業用酸化亜鉛粉末102gをボールミルで 6時間粉砕混合した後、温度約600で、1時 間焼成した。

第1表

比較例	敌化物	拉 皮
7	酸化7#₹=94	約 0.5μm~約5μm
8	酸化亜鉛	約 0.5μm~約1μm
9	敌化鉄	¥9 0.2 µ m ~ ¥9 1 µ m
10	酸化++>	¥9 0.2 µ m ~ ¥9 l µ m
11	酸化チタン	約 0.002μm~約0.05μm
12	敌化tyjk	約 0.2μm~約2μm

比较例13

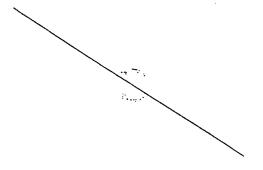
実施例1のエクノール1200m &に代えて、水1200m &を用いた以外は同様に加水分解を行い続いて乾燥、焼成を行った。

得られた粉末の Z n / A ℓ / Γ e 原子比は 1 0 0 / 1 0 / 1 で、平均粒径は約 0 . 2 μ m であった。

分光透過率の測定結果を第 5 図に示す。 比較例 7 . 8 . 9 , 1 0 . 1 1 . 1 2

比較例1~6で使用された市阪酸化アルミニウム、酸化亜鉛、同酸化チタン、日本べんがら工業製酸化鉄、デグッサ製超微粒子酸化チタン 及び酸化セリウムの各粉末の分光透過率を測定した結果を第5図に示す。

本比較例で使用した各酸化物の粒度を第1要に示す。



その結果、平均粒径約1μmの粉末98.2 gを得た。

この製品粉末の組成は Z n / A l 原子比が l 0 0 / 1 0 であった。

この粉末の原子結合状態を測定したところ、 - Z n - O - A & < 結合 (特性吸収 6 5 0 c m - ') が認められた。

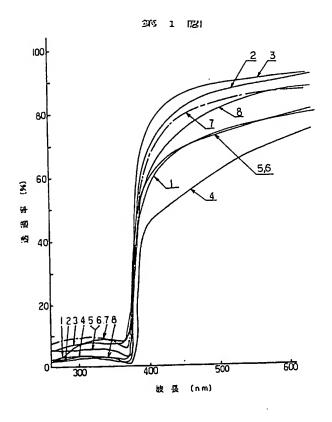
分光透過率を測定した結果を第5図に示す。 尚、得られた微粒子複合酸化物及び比較例で用 いた原料酸化物粉末の触媒活性を調べた結果、 デクッサ製超微粒子酸化チタンのみが触媒活性 が高く、フィルム化は困難でたんざく状になっ たが、他は特に触媒活性能は認められなかった。 図面の簡単な説明

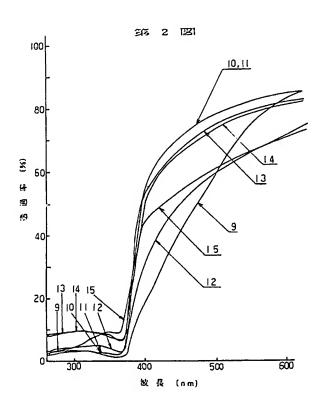
第1~4図は、実施例1~30で得られた複合金属酸化物粉末の紫外線~可視光線域における分光透過率曲線図であり、図中の数字は実施 例番号に対応する。

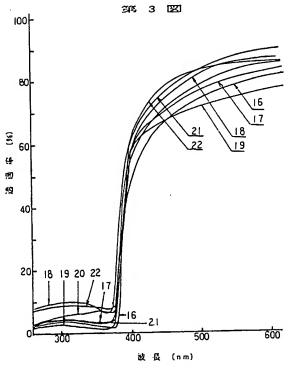
第5図は、比較例1~6で得られた金属酸化 物粉末、比較例13で得られた複合金属酸化物

特開昭62-275182 (14)

初末及び比較例1~6で扱った原料金属酸化物 初末の紫外線一可視光線域における分光透過率 曲線図であり、図中の数字は比較例番号に対応 する。







待開昭62-275182 (15)

